

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 55-058365

(43)Date of publication of application : 01.05.1980

(51)Int.Cl.

C23C 11/08

(21)Application number : 53-132268

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 27.10.1978

(72)Inventor : FUYAMA MORIAKI

URA MITSURU

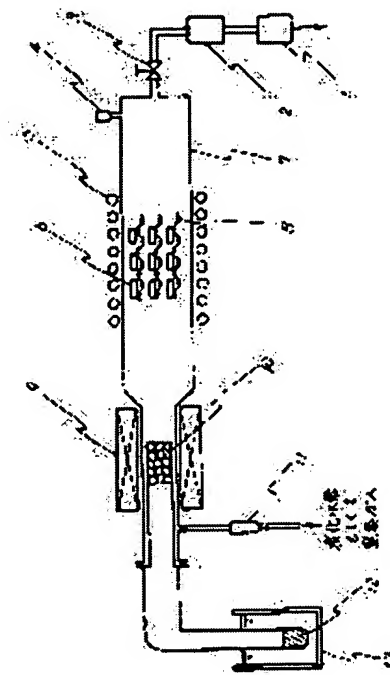
HONDA HARUHIKO

(54) COATING METHOD FOR TITANIUM COMPOUND

(57)Abstract:

PURPOSE: To form Ti compound coating film having a sufficient abrasion resisting property and adhesive strength, by mixing more than one kind of hydrocarbon and N₂ gas with higher Ti iodide and forming Ti compound under a specific condition introducing the above mixed gas on the substrate.

CONSTITUTION: The iodine 12 is heated controlling the temperature of the thermostat 13. A fixed quantity of iodine gas is generated and mixed gas mixed the above iodine gas with reaction gas containing hydrocarbon or N₂ gas, is introduced to the Ti sponge 10 and then, TiI₄ is formed. The above mixed gas is introduced to the substrate 6 made of ultra hard alloy, heated at 800W1200°C and coating film of TiC or TiN or Ti(C,N), is formed on the substrate 6 reacting under less than 0.5 Torr. of reduced pressure.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of
rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑬ 日本国特許庁 (JP)
 ⑭ 公開特許公報 (A)

⑮ 特許出願公開
 昭55-58365

⑯ Int. Cl.³
 C 23 C 11/08

識別記号

庁内整理番号
 6737-4K

⑰ 公開 昭和55年(1980)5月1日

発明の数 1
 審査請求 未請求

(全 4 頁)

⑱ タタン化合物の被覆方法

⑲ 特 願 昭53-132268
 ⑳ 出 願 昭53(1978)10月27日
 ㉑ 発 明 者 府山盛明
 日立市幸町3丁目1番1号株式
 会社日立製作所日立研究所内
 ㉒ 発 明 者 浦満
 日立市幸町3丁目1番1号株式

会社日立製作所日立研究所内
 ㉓ 発 明 者 本田晴彦
 東京都千代田区丸の内2丁目1
 番2号日立金属株式会社内
 ㉔ 出 願 人 日立金属株式会社
 東京都千代田区丸の内2丁目1
 番2号
 ㉕ 代 理 人 北原大平

明 細 書

発明の名称 タタン化合物の被覆方法

特許請求の範囲

1. 主として有機ハロゲン化合物を生成し、それら
 炭化水素官能基の内、少なくとも1種の基を置
 入して炭素ガスをコーティングする基体上で温度
 400〜1200°Cの範囲でタタン化合物を 0.5Torr以下の
 減圧下で生成することを特徴とするタタン化合物
 の被覆方法。

2. 特許請求の範囲第1項において、ハロゲン化
 物は主として有機タタンからなることを特徴と
 するタタン化合物の被覆方法。

3. 特許請求の範囲第1項において、タタンとコ
 ロイドを400〜800°Cの温度範囲で反応させて主と
 して有機タタンを生成することを特徴とするタ
 タン化合物の被覆方法。

発明の詳細な説明

超硬合金、高速度鋼などの切削工具、耐摩耗
 品などの耐摩耗性、耐腐蝕性および耐酸化性を要
 求されるものの表面被覆方法に關するものである。

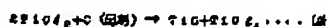
炭化タングステンを主成分とし、主としてコバ
 ルトで結合した超硬合金を基材とし、表面に図1
 より耐摩耗性に優れ、超硬合金の炭化物
 炭化物、炭化物を一部もしくは、それ以上の部
 分にして、3〜10ミクロンの厚さで被覆した、いわ
 ゆるコーティングテープは、基材のじん性と超硬
 合金の耐摩耗性を兼ねており、切削工具
 として従来の超硬合金より優れた切削性能を有し、
 広く採用されている。

コーティングテープとしては、タタンの炭化物
 炭化物、炭化物を被覆したものが主であり、
 それらの炭化物の表面に耐摩耗性、耐酸化性を優
 れたアルミの皮膜を形成させたもの、タタンのコ
 ロイド炭化物を被覆したもののほか、超硬合金によ
 る欠点を補うため、また切削肉上のため、保護を多
 層被覆も採用されている。超硬合金および超硬
 合金において炭などの有機タタン化合物を主成分
 タタン化合物との組合せでありタタン化合物が、
 主成分と主成分を形成している。それらは炭素
 を用いた化学蒸着法による被覆を行っている。

この方法は通常メタン、エタン、プロパン、ブタン（一般に四
酸化炭素）、酸化水素（メタンガス）、窒素ガ
スおよび酸素ガスを一定の割合で混合し、混合ガ
スをコーティングする基体上に吹き、 $900 \sim 1100^\circ\text{C}$
の温度おおよそ $1 \sim 100 \text{ mmHg}$ の圧力下で反応を生成す
るものである。この場合、酸素ガスは四酸化炭素
を還元、メタンガスおよびエタンガスを
還元する機能を保持している。また生成膜の
上では減圧下で酸素ガスを放出することとなり、
空気がリークして膜内に侵入した場合発火の危険
性および反汚染ガス（ NO_x ガス）による腐食の
発生などの問題を有する。

一方水素ガスを使用し、一方はよく非発熱性
溶媒中でナオン化合物を得る方法も省々特報(昭
和4904、特公昭32-60880)が述べられている。

この方法を化学式で示すと



●よりなる。

図式の陽極化サタンモサタンも異で通じしは陽

特開昭53-58365 (2)

の二酸化チタンを生成することが特長であり、これらの方法ではチタンカーバイド (TiC) の生成のための既成炭として炭化水素を使用すること好ましくないので、原料中の炭素が既成炭となつてゐる。特化既成炭では、原料中の炭素が研削され既成炭含有量が減少すると TiO₂ 量の下下になり損と呼ばれる強い既成炭が生成すると上の二酸化チタンは好ましくない。ただし特開昭 53-58478 の特開昭 53-58479 の新案を行つたもの、特化既成炭を行ない TiO₂ 中の炭素を原料に還元炭素を生成する過程を行つていふ。

本発明は、これらで成る改修および改修層の性質の向上について鋭意研究した結果、 E_2 ガスを用いたチタンの化合物と少量の炭化水素または酸素ガスとの混合ガスを減圧下 $800\sim 1200^\circ\text{C}$ で反応せしめると、熱物で耐熱性が良く耐摩耗性にすぐれたチタニウム化合物を簡単に生成できることを見出し本発明にいたった。この方法を以てコーティングを行なった $E10$ コーティングチタンは従来の TiO_2 コーピングチタンと比較して、耐摩耗性および 900°C 反応の耐熱強度を十分であることが分

また、本説明はこれら上記方法に則するものである。

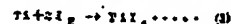
本発明の目的は、切削用超硬タングの耐摩耗性を向上させるため、その表面に、チン化合物をコーティングするところにある。また普通化学工業法で用いられる $\text{Si}-\text{SiO}_2-\text{CH}_4$ ガスを用いず、低圧チン化合物を生成し、それと炭化水素または窒素ガスの内少くとも一種のガスを導入し、減圧下の状態で、チン化合物を生成するところにある。すなわち固相チンの比 $7/\text{Si}=0.5\sim\text{C}_6$ （重量比）を有混合ガスを $800\sim 1200^\circ\text{C}$ に加熱された基体上に通し、反応圧力 0.5torr 以下の圧力でチン化合物を生成することによってチン化合物を生成する方法を提供するものである。

以下半是明の支配地とその地味についてのである。製作した地圖の原地図を用ゐて示す。本圖見の如き形は、ヨウ素を固定環境とし、一酸化のヨウ素を放出する熱帯部、211.を生ずるためのチタンを所定環境とする知能部、212.と反応する例化水素、酸素）とを反応させ、チタン化合物を生

能する大曲の蒸林加熱器の多少がある。蒸林の加熱は、蒸気被覆加熱方式を用いているが、蒸気加熱方式を用いてもよい。

本装置を用いて、例えば、F10 皮膜を生成する
場合について以下、実施例として説明する。

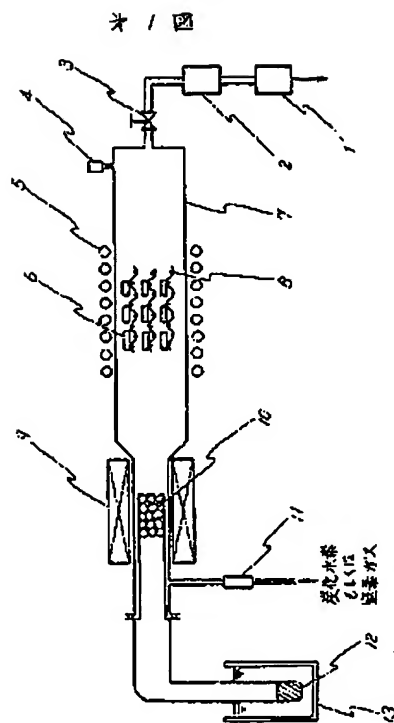
710 ② 兰城民防会下配此示。



炭化水素としては、ブタン (C_4H_{10}) が用いてある。

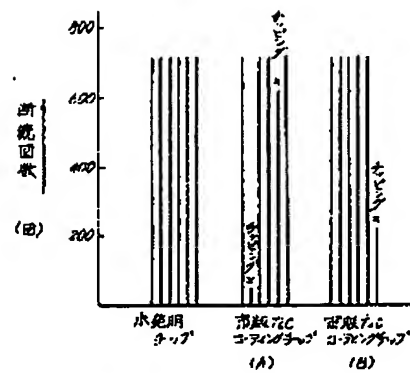
図式に於いて、並進は必要とす。安定化を成すためのサテンとサウエとの反動温度は 300—400°C が最適である。

また21層板が350℃を越えると、生成したTII、TII₂金属とが反応を起こし、低級ロウ化物を生成する。低級ロウ化物は層間圧が低いため、移動が容易となり、TII金属上に順次析出してくる。したがって、主原料ガス（ロウ化チタン）の流量割合が難しくなり、成膜の均一性をとて困難が生じる。200℃以下でもTIIは生成するが、TII₂以外に反応

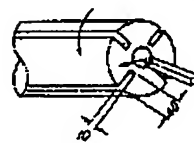


特開 55-58365 (4)

図 2



端面断続切削条件



切削機 545G HS 32-34
 $\phi 40 \times \phi 150 \times 150$
 (10 \times 40 溝 入 孔 4 \times 4)

切削条件
 回転数 350 rpm
 送り 0.1 mm/rev
 切り込み 10 mm
 1 コーナパスで打ち
 各 6 コーナ状膜